

**Ekstraksi Asetaminofen Menggunakan Magnetik-Molekul
Tercetak dalam Polimer Berbasis Polivinil Alkohol (PVA) Dengan
Menggunakan Sistem Batch**

SKRIPSI

Oleh:

FAHMI ISTIGHFARIN

145090201111016



JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

MALANG

2018



**Ekstraksi Asetaminofen Menggunakan Magnetik-Molekul
Tercetak dalam Polimer Berbasis Polivinil Alkohol (PVA)
Dengan Menggunakan Sistem Batch**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar

Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Oleh:

FAHMI ISTIGHFARIN

145090201111016



JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

MALANG

2018

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**Ekstraksi Asetaminofen Menggunakan Magnetik-Molekul Tercetak
dalam Polimer Berbasis Polivinil Alkohol (PVA) Dengan
Menggunakan Sistem Batch**

Oleh :


FAHMI ISTIGHFARIN

145090201111016

Setelah diseminarkan di depan Majelis Penguji
pada tanggal18 JUL 2018
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II


Dr. Ani Mulyasuryani, MS
NIP. 196306281991032001


Barlah Rumhayati, S.Si., M.Si., Ph.D.
NIP. 197404292000032001

Mengetahui,

Ketua Jurusan Kimia

Fakultas MIPA Universitas Brawijaya



Masruhi, S.Si., M.Si., Ph.D
NIP. 197310202002121001

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Fahmi Istighfarin

NIM : 145090201111016

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul :

**Ekstraksi Asetaminofen Menggunakan Magnetik-Molekul
Tercetak dalam Polimer Berbasis Polivinil Alkohol (PVA)
Dengan Menggunakan Sistem Batch**

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar – benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama – nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam tugas akhir ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima,

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, 10 Juli 2018

Yang menyatakan,

(Fahmi Istighfarin)

NIM. 145090201111016

Ekstraksi Asetaminofen Menggunakan Magnetik-Molekul Tercetak dalam Polimer Berbasis Polivinil Alkohol (PVA) Dengan Menggunakan Sistem Batch

ABSTRAK

Ekstraksi asetaminofen perlu dilakukan untuk menganalisis kadarnya dalam obat – obatan. Salah satu metode yang selektif untuk ekstraksi asetaminofen adalah dengan menggunakan *Magnetic Molecularly Imprinted Polymers* (MMIP). Dalam penelitian ini dipelajari bagaimana pengaruh lama waktu pengocokan terhadap %ekstraksi serta menentukan kapasitas MMIP terhadap asetaminofen. MMIP dibuat dari PVA 67% (m/m) yang terikat silang oleh asam sitrat 7,5% (m/m) dan glutaraldehid 2,9% (m/m) serta nanopartikel magnetit Fe_3O_4 15% (m/m) dan molekul tercetak asetaminofen 7,5% (m/m). Penentuan asetaminofen dilakukan secara spektrofotometri pada panjang gelombang 247 nm. Pengaruh lama ekstraksi dipelajari adalah 10, 20, 30, 60, 90 dan 120 menit sedangkan kisaran konsentrasi asetaminofen yang dipelajari adalah 1, 2, 3, 4, 5, dan 6 ppm dengan volume 5 mL dan MMIP 0,1 g. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa lama waktu ekstraksi mempengaruhi efisiensi ekstraksi. Waktu kontak optimum ekstraksi adalah 30 menit dengan kapasitas adsorpsi 55 $\mu\text{g/g}$.

Kata kunci: Magnetik-Molekul Tercetak dalam Polimer, Asetaminofen, PVA

Extraction of Acetaminophen Using Magnetic Molecularly Imprinted Polymer Based Polivinyl Alcohol (PVA) Using Batch System

ABSTRACT

The extraction of acetaminophen should be performed to analyze its levels in the drugs. One of the most selective methods for acetaminophen extraction is using Magnetic Molecularly Imprinted Polymers (MMIPs). This research studied how the influence of aging time to % extraction and determine the capacity of MMIP to acetaminophen. MMIPs is made from PVA of 67% (w/w) crosslinked by citric acid 7.5% (w/w) and glutaraldehyde 2.9% (w/w), 15% (w/w) nanoparticles Fe_3O_4 and imprinted acetaminophen 7.5% (w/w). Determination of acetaminophen was performed by spectrophotometry UV at 247 nm wavelength. The effect of the extraction duration studied were 10, 20, 30, 60, 90 and 120 min. The acetaminophen concentrations studied were 1, 2, 3, 4, 5, and 6 ppm in 5 mL solution and MMIPs 0.1 g. The results of this study indicate that the duration of extraction influences the efficiency of extraction. The optimum contact time of extraction is 30 minutes with adsorption capacity of 55 $\mu\text{g} / \text{g}$.

Key word : MMIPs, Acetaminophen, PVA

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah subhanahu wa ta'ala yang telah melimpahkan kasih dan sayang-Nya kepada penulis, sehingga penulis bisa menyelesaikan skripsi dengan tepat waktu. Skripsi dengan judul **“Ekstraksi Asetaminofen Menggunakan Magnetik-Molekul Tercetak dalam Polimer Berbasis Polivinil Alkohol (PVA) Dengan Menggunakan Sistem Batch”** telah penulis selesaikan dengan baik. Tujuan dari penyusunan skripsi ini adalah untuk memenuhi salah satu syarat untuk mendapatkan gelar Sarjana Sains di bidang Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Dalam kesempatan ini, penulis menghaturkan terima kasih yang dalam kepada semua pihak yang telah membantu menyumbangkan ide, gagasan, bimbingan, dan dorongan sehingga skripsi ini dapat terselesaikan. Akhir kata, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi para pembaca dan peneliti untuk mendapatkan informasi baru tentang ekstraksi asetaminofen. Tentunya, skripsi ini masih jauh dari sempurna. Untuk itu, penulis mengharapkan kritik dan saran pembaca demi kesempurnaan skripsi.

Malang, 10 Juli 2018

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Metode Ekstraksi Asetaminofen	4
2.2 Magnetik Nanopartikel Fe_3O_4	7
2.3 MMIP Menggunakan PVA sebagai Polimer	9
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	12
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	12
3.3 Tahapan Peneliltian	12
3.4 Prosedur Kerja	
3.4.1 Pembuatan Nanopartikel Fe_3O_4 (Magnetik)	13
3.4.2 Ekstraksi Asetaminofen	13
3.4.3 Pembuatan MMIP PVA-Asam Sitrat-Glutaraldehyd	13
3.4.4 Pembuatan Kurva Baku Asetaminofen	14
3.4.5 Pengaruh Lama Waktu Pengocokan	14
3.4.6 Penentuan Kapasitas Adsorpsi MMIP terhadap Asetaminofen	15

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Pengaruh Lama Waktu Pengocokan	16
4.2 Kapasitas Adsorpsi MMIP terhadap Asetaminofen	17
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	20
5.2 Saran	20
DAFTAR PUSTAKA	21
LAMPIRAN	26



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 : Kelarutan asetaminofen dalam beberapa pelarut	4
Tabel 2.2 : Serapan khas asetaminofen pada spektrofotometer IR	6
Tabel 4.1 : Data hasil pengaruh [Asetaminofen] yang diembankan terhadap massa asetaminofen teradsorpsi	19
Tabel C.1 : Data hasil pengukuran kurva baku 1	30
Tabel C.2 : Data hasil pengukuran kurva baku 2	31
Tabel C.3 : Data pengukuran waktu kontak optimum ulangan 1	32
Tabel C.4 : Data pengukuran waktu kontak optimum ulangan 2	33
Tabel C.5 : Data pengukuran waktu kontak optimum ulangan 3	34



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 : Struktur kimia asetaminofen	4
Gambar 2.2 : Spektrum IR asetaminofen menggunakan pelet KBr	5
Gambar 2.3 : Spektrum Uv asetaminofen dalam HCL-metanol	5
Gambar 2.4 : Mekanisme ekstraksi asetaminofen melalui ELM	7
Gambar 2.5 : Struktur asam sitrat, PVA, dan glutaraldehid	10
Gambar 2.6 : Crosslink antara PVA dengan glutaraldehid	10
Gambar 2.7 : Crosslink antara PVA dengan asam sitrat	11
Gambar 4.1 : Kurva hubungan antara waktu kontak dengan % ekstraksi asetaminofen	16
Gambar 4.2 : Kurva hubungan antara konsentrasi asetaminofen yang diimbangkan dengan % massa ACT teradsorp	17
Gambar C.1 : Kurva hubungan [asetaminofen] terhadap absorbansi 1	30
Gambar C.2 : Kurva hubungan [asetaminofen] terhadap absorbansi 2	31

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A. Preparasi Larutan	26
A.1 Pembuatan 10 mL Larutan PVA 5%	26
A.2 Pembuatan 10 mL Larutan Asam Sitrat 5%	26
A.3 Pembuatan 10 mL Larutan Glutaraldehid 2%	26
A.4 Pembuatan 100 mL Larutan Asetaminofen 10 ppm	27
Lampiran B. Analisis Data	27
B.1 Persamaan Penentuan Massa Asetaminofen yang Teradsorpsi	27
B.2 Persamaan Penentuan % Ekstraksi	27
B.3 Persamaan Penentuan Kapasitas Adsorpsi	28
B.4 Contoh Perhitungan	28
Lampiran C. Data Hasil Pengukuran	30
C.1 Kurva Baku Untuk Penentuan Waktu Kontak Optimum Adsorpsi	30
C.2 Kurva Baku Untuk Penentuan Kapasitas Adsorpsi	31
C.3 Data Hasil Pengukuran Waktu Kontak Optimum	32



BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Asetaminofen (parasetamol) merupakan salah satu obat dan agen analgesik yang paling populer serta banyak digunakan dalam berbagai macam obat. Sebagian besar obat mengandung asetaminofen [1], tetapi tidak mencantumkan kadar asetaminofen dalam obat tersebut, sehingga memungkinkan masyarakat mengonsumsi asetaminofen melebihi batas dosisnya. Berdasarkan *Encyclopedia of Toxicology*, dosis untuk pengobatan menggunakan asetaminofen tidak boleh melebihi 4 g/hari [2]. Konsumsi asetaminofen dengan dosis yang berlebihan akan menyebabkan hepatotoksitas [3]. Oleh karena itu, perlu adanya metode analisis untuk mengetahui dan mengontrol kadar asetaminofen dalam obat – obatan.

Metode baku analisis asetaminofen belum tersedia dalam SNI, baik untuk analisis kualitatif maupun kuantitatif. Metode pemisahan dan analisis secara kuantitatif yang sudah dikembangkan adalah dengan cara membran emulsi cair. Metode ini didasarkan pada difusi ion asetaminofen yang ditukarkan kedalam fasa penerima melalui membran. Pemisahan dilakukan pada pH 9,5 untuk menjadikan asetaminofen berbentuk ion [4]. Metode ini masih kurang selektif karena pada pH > 9,5 terdapat senyawa lain dalam obat yang membentuk ion seperti amfetamin dengan pKa yang berdekatan dengan asetaminofen yaitu 9,9. [5]. Metode lain yang sudah digunakan adalah ekstraksi superkritis dengan HPLC. Metode ini didasarkan pada reaksi asetaminofen dengan aliran gas CO₂ [6]. % ekstraksi metode ini mencapai 80%, masih belum mencapai 90 % sehingga masih belum selektif. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dikembangkan metode pemisahan selektif terhadap asetaminofen dengan menggunakan teknik *Magnetic Molecularly Imprinted Polymer* (MMIP).

Molecularly Imprinted Polymer (MIP) adalah teknik pemisahan selektif yang terbuat dari polimerisasi sejumlah monomer dari senyawa organik terikat silang (*crosslink*). MIP memiliki cetakan molekul target yang berfungsi untuk mengenali secara selektif molekul target dari struktur dan ukurannya [7]. MIP sudah digunakan pada bidang kesehatan sebagai metode ekstraksi virus. Penelitian Aijaz Ahmad Malik dkk., menyebutkan beberapa virus yang bisa di pisahkan menggunakan MIP, diantaranya H5N1, H5N3, HIV-1, dan Hepatitis B. [8]. MIP tersusun dari berbagai macam monomer, *crosslinker*, serta molekul target yang digunakan sebagai pembuat cetakan dalam membran. Jika komponen magnetik ditambahkan dalam MIP, maka akan dihasilkan komposit MIP yaitu MMIP yang memiliki sifat magnet serta akan meningkatkan selektivitas MIP terhadap molekul target. Magnetik yang banyak digunakan adalah nanopartikel Fe_3O_4 , karena memiliki sifat medan magnet yang kuat [9].

Pada penelitian ini akan dilakukan pembuatan MMIP dengan menggunakan PVA sebagai polimer, serta asam sitrat dan glutaraldehid sebagai *crosslinker* untuk memisahkan asetaminofen. Penerapan MMIP dalam penelitian ini dilakukan pada sistem batch. Efisiensi ekstraksi pada MMIP dipengaruhi oleh jumlah nanopartikel magnetik dan jumlah cetakan molekul target dalam membran. Selain itu, untuk mengetahui efektivitas ekstraksi, kapasitas adsorpsi harus dilakukan pada saat kondisi kesetimbangan ekstraksi [10]. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dipelajari pengaruh jumlah cetakan molekul target asetaminofen dan lama waktu ekstraksi terhadap efektifitas ekstraksi serta pengaruh konsentrasi asetaminofen untuk menentukan kapasitas adsorpsi dari MMIP yang dihasilkan.

1.2. Perumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh lama ekstraksi terhadap efisiensi ekstraksi asetaminofen menggunakan MMIP PVA-asam sitrat-glutaraldehyd?
2. Bagaimana kapasitas adsorpsi MMIP PVA-asam sitrat-glutaraldehyd ?

1.3. Batasan Masalah

1. Jumlah nanopartikel Fe_3O_4 yang digunakan pada MMIP sebanyak 0,1 g
2. Jumlah MMIP yang digunakan pada setiap ekstraksi sebanyak 0,1 g
3. Volume asetaminofen yang diembankan sebanyak 5 mL

1.4. Tujuan Penelitian

1. Mempelajari pengaruh lama pengocokan terhadap efisiensi ekstraksi asetaminofen menggunakan MMIP PVA-asam sitrat-glutaraldehyd
2. Menentukan kapasitas adsorpsi dari MMIP PVA-asam sitrat-glutaraldehyd

1.5. Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian dapat digunakan sebagai referensi dalam metode pemisahan kuantitatif asetaminofen yang akan dikembangkan selanjutnya

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

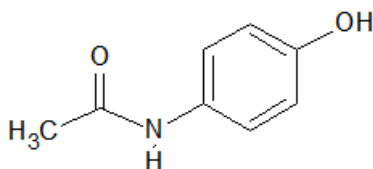
2.1. Metode Ekstraksi Asetaminofen

Asetaminofen (parasetamol) merupakan obat penghilang rasa sakit dan antipiretik yang digunakan semua kalangan masyarakat pada pengobatan modern, terutama pada penyakit – penyakit ringan [11]. Asetaminofen berbentuk padatan dengan berat molekul 151,17 g/mol dan titik didih 170 °C [12]. Selain itu, asetaminofen memiliki kelarutan dalam air, alkohol, serta beberapa pelarut organik lainnya. Kelarutan asetaminofen bervariasi sesuai dengan kondisi temperatur. Berikut tabel 2.1 merupakan kelarutan asetaminofen dalam beberapa pelarut [13]:

Tabel 2.1 : Kelarutan asetaminofen dalam beberapa pelarut pada suhu 30 °C [13]

Pelarut	Kelarutan (g/kg)
Air	17,39
Metanol	371,61
Etanol	232,75
Aseton	111,65
Toluen	0,34

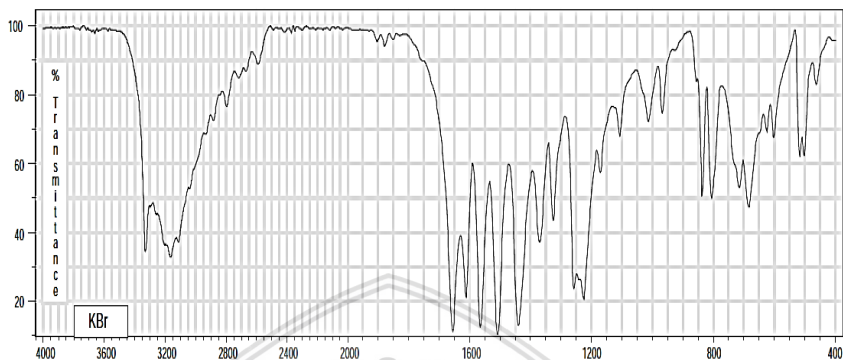
Berikut gambar 2.1 merupakan struktur asetaminofen :



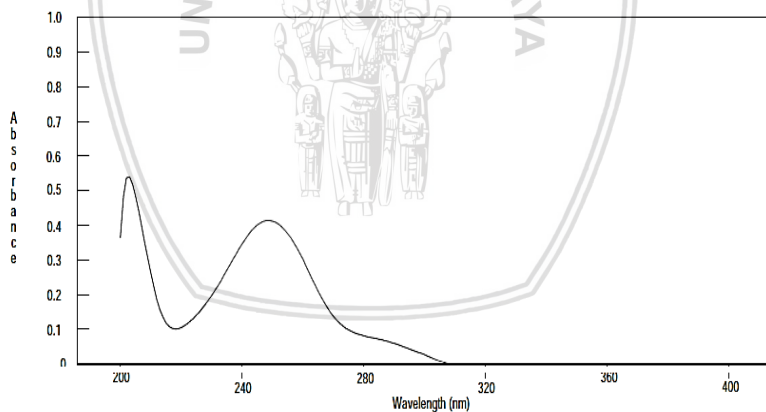
Gambar 2.1 : Struktur kimia Asetaminofen [14]

Karakterisasi asetaminofen dapat dilakukan melalui identifikasi gugus fungsi dengan spektrofotometer IR serta absorbansi

pada panjang gelombang tertentu dengan spektrofotometer Uv. Berikut adalah spektrum standard IR dan Uv dari asetaminofen [15]:



Gambar 2.2 : Spektrum IR asetaminofen menggunakan pelet KBr



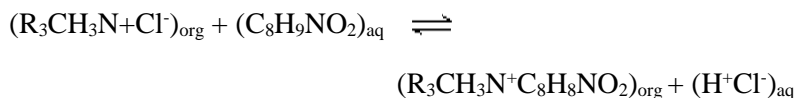
Gambar 2.3 : Spektrum Uv asetaminofen dalam HCl dan metanol

Tabel 2.2 : Serapan khas asetaminofen pada spektrofotometer FT-IR.

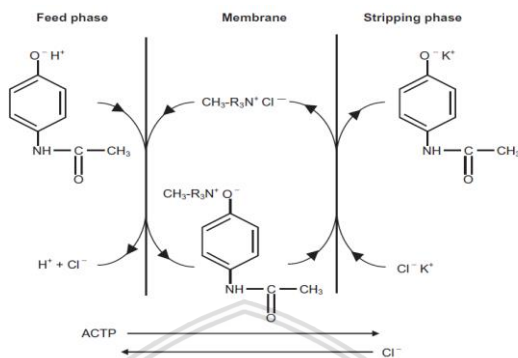
Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Gugus Fungsi
3400	N-H (amida)
3350	<i>Overtone</i> dari <i>stretching</i> C=O
3100-3000	C-H <i>sp</i> ²
1800 – 2000	<i>Overtone</i> benzena
1685	C=O (amida)
1260	C-O Fenol
810	=C-H

Dari gambar 2.2. menunjukkan bahwa terdapat serapan - serapan khas senyawa asetaminofen pada spektrofotometer FT-IR. Sedangkan pada gambar 2.3 menunjukkan bahwa absorbansi maksimum asetaminofen pada spektrofotometer Uv terjadi di daerah panjang gelombang 250 nm.

Metode ekstraksi asetaminofen yang sudah dikembangkan adalah dengan teknik *Emulsion Liquid Membrane* (ELM). Prinsip emulsi membran cair adalah dengan cara perpindahan molekul target dari fasa internal menuju fasa eksternal melalui membran. Larutan pada fasa internal dan eksternal bergantung pada sifat kepolaran analit [16]. Ekstraksi asetaminofen dengan teknik ELM menggunakan alifat 336 sebagai ekstrak. Fasa umpan yang mengandung asetaminofen dikondisikan pada pH > 9,5 untuk mengubah asetaminofen menjadi bentuk ionnya sehingga dapat ditukarkan dengan Cl⁻ yang ada didalam fasa penerima melalui membran. Reaksi yang terjadi saat ekstraksi adalah sebagai berikut [4]:



Mekanisme pertukaran asetaminofen dengan klorida sebagai berikut :



Gambar 2.4 : Mekanisme ekstraksi asetaminofen melalui ELM [4]

Ekstraksi asetaminofen sudah dilakukan juga secara inversi superkritik CO_2 , menggunakan aliran fluida SFX 2 – 10 yang dianalisis menggunakan HPLC. Asetaminofen tidak larut dalam CO_2 murni pada tekanan rendah, tetapi dengan menggunakan metode ini asetaminofen dapat terekstraksi. Ekstraksi superkritik ini dipengaruhi oleh aliran tekanan, suhu dan volume fluida superkritik. Kondisi optimum untuk ekstraksi asetaminofen menggunakan teknik superkritik adalah pada tekanan 1500 psi dan suhu $40^\circ C$. Hasil ekstrak asetaminofen akan dikeluarkan dari sel ekstraksi menggunakan ultrasound dalam air hangat [6].

2.2. Magnetik Nanopartikel Fe_3O_4

Nanopartikel logam yang sudah dikembangkan sebagai tambahan dalam MIP adalah magnetit (Fe_3O_4). Magnetit baik digunakan untuk pemisahan karena dapat disintesis dengan cara yang sederhana, mampu mengadsorpsi dengan baik karena memiliki luas permukaan yang besar, memiliki sifat magnet yang kuat, toksisitas yang rendah, serta bersifat feromagnetik [17]. Selain itu, aplikasi magnetit juga ada pada *Solid Phase Extraction* (SPE). Hasil penelitian

Ali Akbar A., dkk , menyatakan bahwa penggunaan magnetit pada SPE memberikan hasil ekstraksi yang mudah dan cepat, memerlukan biaya yang lebih rendah, serta menghasilkan efisiensi ekstraksi yang lebih tinggi dibandingkan dengan SPE komersial [18].

Magnetit dapat di sintesis dari bijih besi yang dilakukan pada suhu 600 °C dengan kondisi udara yang mengandung karbon dioksida [19]. Metode lain sintesis nanopartikel yang lebih sederhana dan lebih efektif adalah dengan cara mereaksikan FeSO_4 dan FeCl_3 dengan perbandingan mol (2 : 1). Kemudian larutan campuran tersebut dicampurkan kedalam larutan NaOH dan dilakukan pengadukan yang stabil pada suhu 120°C. Setelah terbentuk endapan magnetit berwarna hitam, dilakukan pencucian dengan air suling sebanyak 3 kali dengan cara sentrifugasi pada 3000 rpm [20]. Reaksi yang terjadi sebagai berikut:



Sifat magnetik yang ditambahkan dalam MIP dapat membantu aplikasi pemisahan secara cepat. Berdasarkan penelitian Li Ghang dan Bin Li, MMIP memiliki sifat kemagnetan superparamagnetik. Hal ini ditunjukkan dengan nilai saturasi magnet yang mencapai 8,2 emu/g sehingga MMIP dapat dipisahkan dengan cepat menggunakan medan magnet eksternal [22]. Pada proses pembuatannya, MIP akan melapisi permukaan magnetik tanpa terjadinya ikatan antara keduanya [22]. Penambahan agen magnetik dapat memudahkan proses pemisahan antara komposit MMIP dengan larutan analit melalui medan magnet eksternal. Selain itu, agen magnetik juga dapat mengurangi resiko lepasnya molekul target dalam template MMIP serta meningkatkan afinitas pengikatan cetakan sehingga efektif digunakan untuk pemisahan molekul target tertentu [23].

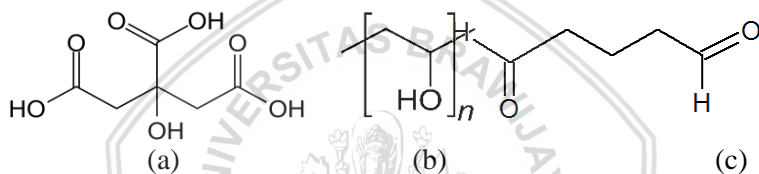
2.3. MMIP Menggunakan PVA sebagai Polimer

Molecularly Imprinted Polymer (MIP) merupakan membran polimer yang terikat silang dan memiliki rongga sehingga selektif terhadap molekul target [7]. Pengembangan metode MIP yang sudah dilakukan yaitu *Magnetic Molecularly Imprinted Polymer* (MMIP). MMIP merupakan metode ekstraksi selektif untuk ekstraksi senyawa suatu campuran karena dapat memisahkan satu senyawa yang tercetak didalam membran MMIP. Penambahan sorben magnetik tersuspensi dalam MIP akan menghasilkan komposit MMIP. Proses ekstraksi menggunakan teknik ini menjadi lebih efektif karena MMIP dapat langsung dipisahkan dari filtrat melalui medan magnet eksternal. Selain itu, selektivitas menjadi semakin tinggi karena daya adsorpsi semakin meningkat dengan adanya nanopartikel magnetik tersuspensi didalamnya [24].

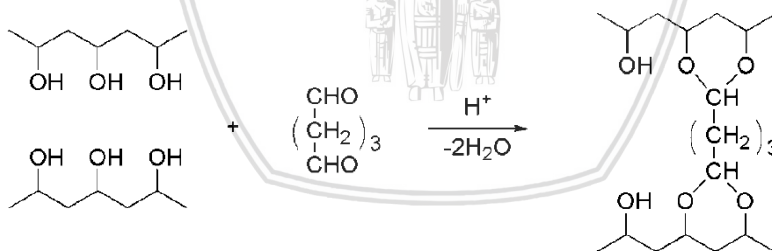
Sintesis MMIP dilakukan dengan cara polimerisasi suatu monomer yang terikat silang yang nantinya membentuk membran. Penambahan suspensi magnetik dalam membran menghasilkan komposit Magnetik-MIP. Pada proses polimerisasi ditambahkan molekul target ekstraksi. Pada akhir proses pembuatan, dilakukan pencucian MMIP untuk mengelusi molekul target dari polimer sehingga membentuk *template* molekul target yang diinginkan [21]. Monomer – monomer yang sudah digunakan sebagai membran pada MMIP diantaranya adalah polivinil alkohol, polivinil pirolidon [21], fenilendiamin [25], kitosan [26], dan vinilpiridin [27]. Sedangkan untuk *crosslinker* yang sudah digunakan diantaranya asam sitrat [10], asam asetat [28], etilen glikol dimetakrilat (EDMA) [27], glioksal dan glutaraldehid [29].

Polivinil alkohol (PVA) merupakan bahan yang tidak berbahaya dan larut dalam air. Membran polimer dari PVA memiliki struktur yang baik, hidrofobilitas yang tinggi, biokompatibel, serta ketahanan sifat kimia yang baik [30], sehingga PVA seringkali digunakan sebagai monomer fungsional dalam berbagai membran.

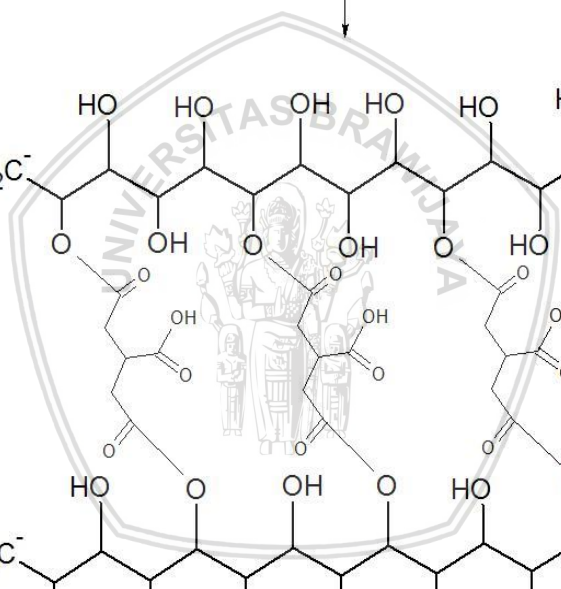
Crosslinkers yang cocok digunakan untuk PVA adalah senyawa dialdehida [10]. Salah satunya, asam sitrat yang memiliki harga relatif rendah serta efektif digunakan sebagai agen pengikat silang PVA karena asam sitrat akan membentuk ikatan hidrogen dan ester dengan PVA selama proses pembentukan membran [31]. Selain itu, glutaraldehid juga bisa digunakan sebagai *crosslinker* dan agen pengikat antara molekul target dengan membran karena memiliki reaktivitas yang tinggi [32]. Berikut adalah gambar 2.5 yang merupakan struktur dari asam sitrat, PVA, dan glutaraldehid. Sedangkan pada gambar 2.6 dan 2,7 merupakan *crosslink* antara PVA dengan glutaraldehid serta PVA dengan asam sitrat.



**Gambar 2.5 : (a) Struktur asam sitrat (b) monomer PVA
(c) struktur glutaraldehid**



Gambar 2.6 : Crosslink antara PVA dengan glutaraldehid [32]



11

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Tempat dan Waktu Pelaksanaan

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang. Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret 2018 hingga Juli 2018.

3.2. Alat dan Bahan Penelitian

3.4.1. Alat Penelitian

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini meliputi peralatan gelas (gelas kimia, erlenmeyer, gelas ukur, dan labu ukur), Spektrofotometer Uv-Vis, Spektrofotometer IR, *hot plate*, pipet ukur, pipet volume, shaker, pengaduk gelas, magnetik stirer, corong gelas, cawan petridish, dan botol semprot.

3.4.2. Bahan Penelitian

Bahan – bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sanmol, polivinil alkohol (PVA), glutaraldehid 50%, asam sitrat, besi (III) klorida heksahidrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), besi (II) sulfat tetrahidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), ammonium sulfat ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$), natirum hidroksida (NaOH), etanol, dan akuadem.

3.3. Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahap, antara lain

1. Preparasi larutan
2. Pembuatan nanopartikel magnetit (Fe_3O_4)
3. Ekstraksi asetaminofen
4. Pembuatan MMIP berbasis PVA
5. Pembuatan kurva baku parasetamol
6. Penentuan waktu kontak optimum
7. Penentuan kapasitas adsorpsi maksimum
8. Analisis data

3.4. Prosedur Kerja

3.4.1. Pembuatan Nanopartikel Fe_3O_4 (Magnetit)

0,66 g amonium sulfat dilarutkan dalam 20 mL akuadem. Kemudian sebanyak 1,12 g besi (II) sulfat tetrahidrat dilarutkan dalam 20 mL akuadem. Kedua larutan dipanaskan pada suhu 80°C lalu Sebanyak 2,7 g besi (III) klorida heksahidrat dilarutkan dalam 20 mL akuadem dan dipanaskan pada suhu 80°C (selanjutnya disebut campuran 1). Larutan besi (III) klorida heksahidrat dicampurkan ke dalam campuran 1 (selanjutnya disebut campuran 2). Larutan diaduk dan suhu di jaga pada 80°C . Selanjutnya sebanyak 1,6 g NaOH dilarutkan dalam 50 mL aquades dan dididihkan. Campuran 2 dituangkan kedalam larutan NaOH sambil diaduk dengan magnetik stirer dan didiamkan selama 90 menit pada suhu 100°C . Kemudian dilakukan pencucian magnetit yang terbentuk dengan akuadem. Endapan magnetit disaring dan dicuci kembali hingga larutan bebas ion – ion sulfat dan klorida.

3.4.2. Ekstraksi Asetaminofen

5 butir obat sanmol dilarutkan dalam 250 mL akuadem sambil dididihkan. Kemudian larutan disaring dengan menggunakan kertas saring. Filtrat diambil dan dilakukan rekristalisasi asetaminofen dengan cara menguapkan larutan dalam oven pada suhu 130°C .

3.4.3. Pembuatan MMIP berbasis PVA

Sebanyak 9 mL larutan PVA 5% (m/v) dicampurkan dengan 1 mL larutan asam sitrat 5% (m/v) dan 1 mL larutan gultaraldehid 2% (m/v). Kemudian ditambahkan 0.05 g asetaminofen. Larutan diaduk sambil dipanaskan pada suhu 80°C selama 30 menit. Sebanyak 1 mL suspensi nanopartikel magnetit 0,1 g ditambahkan ke dalam larutan dan diaduk. Campuran dituangkan ke dalam cawan petridish dan dipanaskan pada suhu

60°C. Lembaran membran yang terbentuk diambil dan di hancurkan dengan mortar hingga halus. Setelah itu, di keringkan dalam oven pada suhu 60°C.

3.4.4. Pembuatan Kurva Baku Asetaminofen

Larutan induk parasetamol 10 ppm diambil sebanyak 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL, dan 5 mL dan masing – masing dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Larutan ditambahkan dengan akuadem : etanol (1 : 1) hingga tanda batas sehingga didapatkan larutan baku parasetamol dengan konsentrasi 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm, dan 5 ppm. absorbansi masing – masing larutan diukur pada panjang gelombang 247 nm. Kemudian akan diperoleh kurva hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi sehingga akan dihasilkan persamaan $A = \epsilon bC$.

3.4.5. Pengaruh Lama Waktu Pengocokan

MMIP ditimbang 0,1 g dan dimasukkan ke dalam botol. MMIP tersebut ditambahkan akuadem 10 mL dan direndam selama 1 hari. Kemudian akuadem dipisahkan dari MMIP dengan cara menarik MMIP dengan magnet lalu akuadem dikeluarkan dari botol. Larutan parasetamol dengan konsentrasi 5 ppm diambil sebanyak 5 mL dimasukkan kedalam botol yang sudah berisi 0,1 g MMIP. Kemudian dikocok dengan pengaduk elektrik selama 10 menit, 20 menit, 30 menit, 60 menit, 90 menit, dan 120 menit. Setelah itu, filtrat diambil dengan cara menarik MMIP dengan magnet lalu filtrat dituangkan kedalam gelas kimia. Filtrat yang diperoleh kemudian diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV. Selanjutnya dibuat kurva hubungan antara konsentrasi parasetamol yang teradsorpsi terhadap waktu. Setelah itu, dilakukan pembacaan kurva dan ditentukan waktu yang menghasilkan persentase ekstraksi tertinggi serta kesetimbangan ekstraksi yang selanjutnya disebut dengan waktu kontak optimum. Perlakuan ini dilakukan sebanyak 3 kali ulangan.

3.4.6. Penentuan Kapasitas Adsorpsi MMIP terhadap Asetaminofen

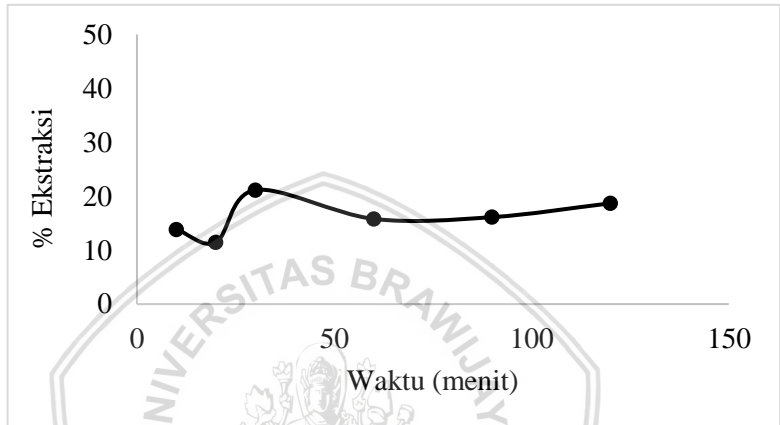
Ditimbang MMIP sebanyak 0,1 g dan dimasukkan ke dalam botol. MMIP tersebut ditambahkan akuadem 10 mL dan direndam selama 1 hari. Kemudian akuadem dipisahkan dari MMIP. Larutan parasetamol dengan konsentrasi 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm, 5 ppm, dan 6 ppm diambil sebanyak 5 mL dimasukkan kedalam botol yang sudah berisi 0,1 g MMIP. Kemudian dikocok dengan pengaduk elektrik selama 120 menit. Filtrat diambil dengan cara menarik MMIP dengan magnet eksternal lalu dituangkan kedalam gelas kimia. Filtrat yang diperoleh kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang 247 nm. Kapasitas adsorpsi ditentukan dengan menghitung massa asetaminofen teradsorpsi pada masing – masing [asetaminofen] yang diimbangkan. Kemudian ditentukan kapasitas maksimum MMIP terhadap asetaminofen.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Pengaruh Lama Waktu Pengocokan

Berikut Gambar 4.1 merupakan hasil penentuan waktu kontak optimum :



Gambar 4.1 : Kurva hubungan antara waktu kontak dengan % ekstraksi asetaminofen

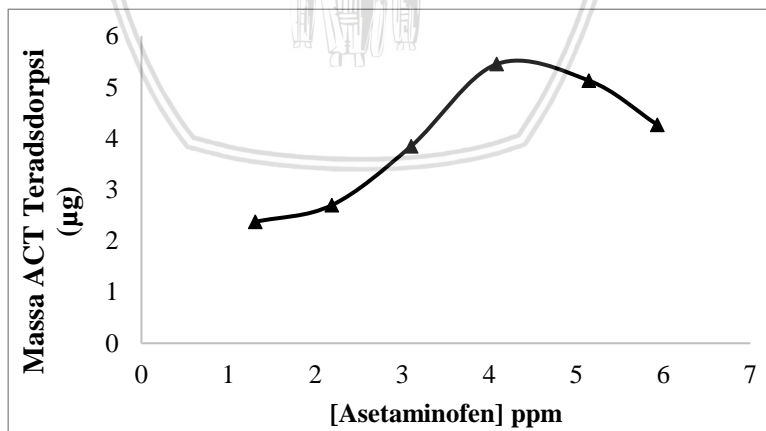
Penentuan waktu kontak optimum adsorpsi MMIP terhadap asetaminofen dilakukan dengan mempelajari pengaruh lama waktu pengocokan. Hal ini bertujuan untuk menentukan waktu yang dibutuhkan MMIP dan molekul asetaminofen mencapai kesetimbangan adsorpsi, waktu tersebut merupakan waktu optimum adsorpsi asetaminofen oleh MMIP. Pada penelitian ini menggunakan lama waktu ekstraksi 10, 20, 30, 60, 90, dan 120 menit.

Berdasarkan hasil yang ditunjukkan pada Gambar 4.1, peningkatan jumlah molekul asetaminofen yang teradsorpsi ke dalam MMIP terjadi pada rentang waktu 10 hingga 30 menit dengan kenaikan % ekstraksi dari 11% menjadi 20%. Hal ini dimungkinkan karena dalam rentang waktu 10 hingga 30 menit jumlah asetaminofen dalam larutan masih banyak dan jumlah cetakan molekul asetaminofen yang ada di dalam MMIP masih belum terisi penuh.

Lama waktu kontak akan berbanding lurus dengan intensitas interaksi antara molekul asetaminofen dengan rongga pada MMIP, sehingga jumlah molekul asetaminofen yang terjebak dalam rongga MMIP akan cenderung lebih banyak.

Pada saat tercapai suatu kesetimbangan adsorpsi maka % ekstraksi yang dihasilkan cenderung konstan. Namun, % ekstraksi yang ditunjukkan pada Gambar 4.1 mengalami penurunan sebanyak 2% setelah tercapai kesetimbangan adsorpsi yaitu pada rentang waktu 30 hingga 120 menit. % ekstraksi yang tercapai masih jauh dari 100 %. Hal ini dimungkinkan karena komposisi antara PVA dengan asam sitrat sebagai pengikat silang dengan perbandingan 9 : 1 masih kurang efektif sehingga ikat silang pada MMIP tidak maksimal. Secara teoritis, asetaminofen yang tercetak adalah kisaran 4000 ppm karena yang ditambahkan sebanyak 0,05 g dari total 12 mL larutan MMIP. Hal ini dibuktikan pada saat pencucian pertama MMIP, absorbansi pada panjang gelombang 247 nm mencapai 3,953. Absorbansi cucian pertama tersebut diindikasikan berasal dari asetaminofen yang tidak tercetak dalam MMIP.

4.2. Kapasitas Adsorpsi MMIP terhadap Asetaminofen



Gambar 4.2 : Kurva hubungan antara konsentrasi asetaminofen yang diimbangkan dengan massa asetminofen teradsorpsi

Penentuan kapasitas adsorpsi MMIP terhadap molekul asetaminofen dilakukan dengan mempelajari pengaruh konsentrasi larutan asetaminofen terhadap jumlah molekul asetaminofen yang dapat terperangkap oleh MMIP. Penentuan dilakukan pada waktu kontak optimum yaitu pada 30 menit. Berikut Gambar 4.2 adalah hasil pengukuran pengaruh konsentrasi asetaminofen yang diimbangkan dengan massa asetaminofen yang teradsorpsi.

Berdasarkan Gambar 4.2 diatas, menunjukkan bahwa pada rentang konsentrasi 1 hingga 4 ppm massa asetaminofen yang teradsorpsi cenderung mengalami kenaikan terhadap konsentrasi asetaminofen yang diimbangkan. Hal ini disebabkan oleh jumlah cetakan molekul asetaminofen masih mencukupi untuk mengadsorpsi sejumlah massa asetaminofen yang ada. Agen magnetik Fe_3O_4 dalam MIP juga membantu meningkatkan afinitas pengikatan cetakan terhadap molekul target seperti yang dijelaskan pada sub bab 2.3. Sedangkan pada rentang konsentrasi 4 hingga 6 ppm massa asetaminofen yang teradsorpsi mengalami penurunan. Hal ini disebabkan oleh ukuran partikel MMIP yang digunakan pada proses ekstraksi dari konsentrasi 1 hingga 6 ppm tidak sama. Namun, dalam rentang konsentrasi ini kapasitas adsorpsi dari MMIP sudah jenuh atau jumlah massa asetaminofen maksimum yang mampu teradsorpsi sudah tercapai yaitu pada konsentrasi 4 ppm.

Tabel 4.1 menunjukkan bahwa pada masing – masing konsentrasi memiliki jumlah massa asetaminofen yang teradsorpsi yang berbeda – beda. Pada rentang konsentrasi 4 hingga 6 ppm massa asetaminofen yang teradsorpsi mengalami penurunan. Oleh karena itu, pada rentang konsentrasi ini dapat ditentukan jumlah molekul asetaminofen maksimum yang mampu teradsorpsi dalam MMIP, yaitu kisaran 55 $\mu\text{g/g}$. Hasil tersebut menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi dari MMIP masih belum terpenuhi. Seharusnya MMIP mampu mengadsorpsi asetaminofen sebanyak 5 mg/g . Hal ini dimungkinkan karena ukuran partikel MMIP yang belum merata, sehingga pada saat proses ekstraksi masing – masing konsentrasi luas permukaan MMIP tidak dapat sepenuhnya mengadsorpsi molekul asetaminofen. Selain

itu, asetaminofen yang tercetak dalam MMIP tidak sesuai dengan teoritis karena dimungkinkan terdapat molekul air yang ikut tercetak.

Tabel 4.1 : Data hasil pengaruh [Asetaminofen] yang diimbangkan terhadap massa asetaminoefen teradsorpsi

Konsentrasi (ppm)	% Ekstraksi	Massa AC Teradsorp (μg)
1	25,6	1,36
	19,2	1,55
	39,6	2,37
2	26,1	2,78
	25,6	3,03
	26,7	2,73
3	25,4	3,94
	22,2	3,63
	26	3,91
4	26,9	5,6
	25,2	5,45
	27,7	5,52
5	17,37	4,4
	24,9	6,37
	16,5	4,6
6	15,1	5,16
	14,8	4,17
	13,5	4,05

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

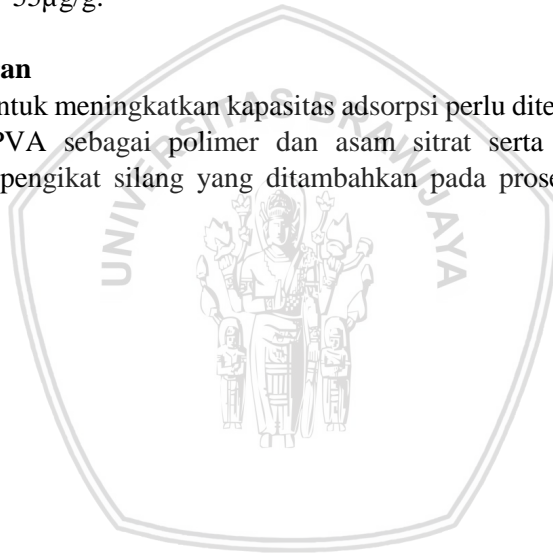
5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa :

1. Lama waktu pengocokan mempengaruhi jumlah asetaminofen yang teradsorpsi. Waktu ekstraksi MMIP terhadap asetaminofen maksimum adalah 30 menit.
2. Kapasitas adsorpsi MMIP terhadap asetaminofen adalah $55\mu\text{g/g}$.

5.2. Saran

Untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi perlu diteliti komposisi antara PVA sebagai polimer dan asam sitrat serta glutaraldehid sebagai pengikat silang yang ditambahkan pada proses pembuatan MMIP.



DAFTAR PUSTAKA

- [1] J. Pucher dan L. Dijkstra, **“Promoting safe walking and cycling to improve public health: lessons from the Netherlands and Germany,”** *Am. J. Public Health*, vol. 93, no. 9, hlm. 1509–1516, 2003.
- [2] K. Shankar dan H. M. Mehendale, **“Acetaminophen,”** dalam *Encyclopedia of Toxicology*, Elsevier, 2014, hlm. 26–29.
- [3] K. Suemaru, M. Yoshikawa, A. Tanaka, H. Araki, H. Aso, dan M. Watanabe, **“Anticonvulsant effects of acetaminophen in mice: Comparison with the effects of nonsteroidal anti-inflammatory drugs,”** *Epilepsy Res.*, vol. 140, hlm. 22–28, Feb 2018.
- [4] S. Chaouchi dan O. Hamdaoui, **“Acetaminophen extraction by emulsion liquid membrane using Aliquat 336 as extractant,”** *Sep. Purif. Technol.*, vol. 129, hlm. 32–40, Mei 2014.
- [5] A. Dasgupta, **“Pharmacology of Commonly Abused Drugs,”** dalam *Beating Drug Tests and Defending Positive Results*, Totowa, NJ: Humana Press, 2010, hlm. 11–28.
- [6] R. A. Almodóvar, R. A. Rodríguez, dan O. Rosario, **“Inverse supercritical extraction of acetaminophen from suppositories,”** *J. Pharm. Biomed. Anal.*, vol. 17, no. 1, hlm. 89–93, 1998.
- [7] L. Yuan dkk., **“Preparation of estriol–molecularly imprinted silica nanoparticles for determining oestrogens in milk tablets,”** *Food Chem.*, vol. 131, no. 3, hlm. 1063–1068, Apr 2012.
- [8] A. A. Malik, C. Nantasenamat, dan T. Piacham, **“Molecularly imprinted polymer for human viral pathogen detection,”** *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 77, hlm. 1341–1348, Agu 2017.

- [9] L. Chen dkk., **“Preparation of magnetic molecularly imprinted polymer for the separation of tetracycline antibiotics from egg and tissue samples,”** *J. Chromatogr. A*, vol. 1216, no. 18, hlm. 3710–3719, Mei 2009.
- [10] C. Birck, S. Degoutin, N. Tabary, V. Miri, dan M. Bacquet, **“New crosslinked cast films based on poly(vinyl alcohol): Preparation and physico-chemical properties,”** *Express Polym. Lett.*, vol. 8, no. 12, hlm. 941–952, 2014.
- [11] H. Shekaari, M. T. Zafarani-Moattar, A. Shayanfar, dan M. Mokhtarpour, **“Effect of choline chloride/ethylene glycol or glycerol as deep eutectic solvents on the solubility and thermodynamic properties of acetaminophen,”** *J. Mol. Liq.*, vol. 249, hlm. 1222–1235, Jan 2018.
- [12] P. Equipment, **“Waste Disposal,”** *Health (N. Y.)*, vol. 2, hlm. 0, 2013.
- [13] R. A. Granberg dan Å. C. Rasmuson, **“Solubility of Paracetamol in Pure Solvents,”** *J. Chem. Eng. Data*, vol. 44, no. 6, hlm. 1391–1395, Nov 1999.
- [14] R. S. Borges dkk., **“A Structure and Antioxidant Activity Study of Paracetamol and Salicylic Acid,”** *Pharmacol. Amp Pharm.*, vol. 05, no. 13, hlm. 1185–1191, 2014.
- [15] S. N. GUPTA, **“Characterization of Paracetamol and Meta-Hydroxyacetanilide,”** *Int. J. Chem. Phys. Sci.*, vol. 4, no. NCSC, 2015.
- [16] T. A. Razo-Lazcano, M. del Pilar González-Muñoz, M. Stambouli, D. Pareau, L. Hernández-Perales, dan M. Avila-Rodriguez, **“Chlorpheniramine recovery from aqueous solutions by emulsion liquid membranes using soy lecithin as carrier,”** *Colloids Surf. Physicochem. Eng. Asp.*, vol. 536, hlm. 68–73, Jan 2018.

- [17] T. Khezeli dan A. Daneshfar, "**Development of dispersive micro-solid phase extraction based on micro and nano sorbents,**" *TrAC Trends Anal. Chem.*, vol. 89, hlm. 99–118, Apr 2017.
- [18] A. A. Asgharinezhad, H. Ebrahimzadeh, F. Mirbabaei, N. Mollazadeh, dan N. Shekari, "**Dispersive micro-solid-phase extraction of benzodiazepines from biological fluids based on polyaniline/magnetic nanoparticles composite,**" *Anal. Chim. Acta*, vol. 844, hlm. 80–89, Sep 2014.
- [19] V. P. Ponomar, "**Synthesis and magnetic properties of magnetite prepared by chemical reduction from hematite of various particle sizes,**" *J. Alloys Compd.*, Jan 2018.
- [20] N. Mizutani, T. Iwasaki, S. Watano, T. Yanagida, H. Tanaka, dan T. Kawai, "**Effect of ferrous/ferric ions molar ratio on reaction mechanism for hydrothermal synthesis of magnetite nanoparticles,**" *Bull. Mater. Sci.*, vol. 31, no. 5, hlm. 713–717, 2008.
- [21] L. Chen dan B. Li, "**Magnetic molecularly imprinted polymer extraction of chloramphenicol from honey,**" *Food Chem.*, vol. 141, no. 1, hlm. 23–28, Nov 2013.
- [22] X. Liu dkk., "**Magnetic molecularly imprinted polymers for spectrophotometric quantification of curcumin in food,**" *Food Chem.*, vol. 202, hlm. 309–315, Jul 2016.
- [23] X.-J. Kong dkk., "**Synthesis of multirecognition magnetic molecularly imprinted polymer by atom transfer radical polymerization and its application in magnetic solid-phase extraction,**" *Anal. Bioanal. Chem.*, vol. 410, no. 1, hlm. 247–257, Jan 2018.
- [24] Y. Liu, H. Li, dan J. Lin, "**Magnetic solid-phase extraction based on octadecyl functionalization of monodisperse magnetic ferrite microspheres for the determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in aqueous samples**"

coupled with gas chromatography–mass spectrometry,” *Talanta*, vol. 77, no. 3, hlm. 1037–1042, Jan 2009.

- [25] B. Si dan E. Song, **“Molecularly imprinted polymers for the selective detection of multi-analyte neurotransmitters,”** *Microelectron. Eng.*, vol. 187–188, hlm. 58–65, Feb 2018.
- [26] M. Hashemi, Z. Nazari, dan N. Noshirvani, **“Synthesis of chitosan based magnetic molecularly imprinted polymers for selective separation and spectrophotometric determination of histamine in tuna fish,”** *Carbohydr. Polym.*, vol. 177, hlm. 306–314, Des 2017.
- [27] Y. Nakamura, S. Masumoto, A. Kubo, H. Matsunaga, dan J. Haginaka, **“Preparation of molecularly imprinted polymers for warfarin and coumachlor by multi-step swelling and polymerization method and their imprinting effects,”** *J. Chromatogr. A*, vol. 1516, hlm. 71–78, Sep 2017.
- [28] A. Hasimi, A. Stavropoulou, K. G. Papadokostaki, dan M. Sanopoulou, **“Transport of water in polyvinyl alcohol films: Effect of thermal treatment and chemical crosslinking,”** *Eur. Polym. J.*, vol. 44, no. 12, hlm. 4098–4107, Des 2008.
- [29] A. Conte, G. G. Buonocore, M. Sinigaglia, dan M. A. Del Nobile, **“Development of immobilized lysozyme based active film,”** *J. Food Eng.*, vol. 78, no. 3, hlm. 741–745, Feb 2007.
- [30] A. Jikihara, R. Ohashi, Y. Kakihana, M. Higa, dan K. Kobayashi, **“Electrodialytic Transport Properties of Anion-Exchange Membranes Prepared from Poly(vinyl alcohol) and Poly(vinyl alcohol-co-methacryloyl aminopropyl trimethyl ammonium chloride),”** *Membranes*, vol. 3, no. 1, hlm. 1–15, Jan 2013.
- [31] S. Wang, J. Ren, W. Li, R. Sun, dan S. Liu, **“Properties of polyvinyl alcohol/xylan composite films with citric acid,”** *Carbohydr. Polym.*, vol. 103, hlm. 94–99, Mar 2014.

- [32] Z. Tian, W. Liu, dan G. Li, “**The microstructure and stability of collagen hydrogel cross-linked by glutaraldehyde,**” *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 130, hlm. 264–270, Agu 2016.



LAMPIRAN

Lampiran A. Preparasi Larutan

A.1. Pembuatan 10 mL Larutan PVA 5%

$$\text{Massa PVA yang dibutuhkan} = \frac{5 \text{ gram}}{100 \text{ mL}} \times 10 \text{ mL} = 0,5 \text{ gram}$$

Pembuatan :

Ditimbang padatan PVA sebanyak 0,5 gram. Kemudian dilarutkan dalam 9 mL akuadem sambil dipanaskan. Larutan didiamkan hingga mencapai suhu ruang kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan akuadem hingga tanda batas.

A.2. Pembuatan 10 mL Larutan Asam Sitrat 5%

$$\text{Massa Asam Sitrat yang dibutuhkan} = \frac{5 \text{ gram}}{100 \text{ mL}} \times 10 \text{ mL} = 0,5 \text{ gram}$$

Pembuatan :

Ditimbang padatan asam sitrat sebanyak 0,5 gram. Kemudian dilarutkan dalam 5 mL akuadem. Larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan akuadem hingga tanda batas.

A.3. Pembuatan 10 mL Larutan Glutaraldehid 2%

$$V_{\text{Glu } 50\%} \text{ yang dibutuhkan} = \frac{2 \%}{50 \%} \times 10 \text{ mL} = 0,4 \text{ mL}$$

Pembuatan :

Diambil 0,4 mL larutan glutaraldehid dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Larutan ditambahkan akuadem : etanol (1 : 1) hingga tanda batas kemudian di kocok hingga homogen.

A.4. Pembuatan 100 mL Larutan Asetaminofen 10 ppm

Massa asetaminofen yang dibutuhkan : $\frac{10 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 100 \text{ mL} = 1 \text{ mg}$

Pembuatan :

Ditimbang padatan asetaminofen sebanyak 1 mg dan dilarutkan dalam 5 mL larutan etanol : akuadem (1 : 1). Larutan dipindahkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan larutan etanol : akuadem (1 : 1) hingga tanda batas.

Lampiran B. Analisis Data

B.1. Persamaan Penentuan Massa Asetaminofen yang Teradsorpsi

Massa asetaminofen yang teradsorpsi dihitung dengan persamaan sebagai berikut :

$$\text{Massa Asetaminofen teradsorpsi (mg)} = C_0 - C_s \times \frac{V \text{ larutan (mL)}}{1000 \text{ mL}}$$

Keterangan :

C_0 = konsentrasi asetaminofen sebelum adsorpsi (mg/L)

C_s = konsentrasi asetaminofen setelah adsorpsi (mg/L)

V = volume larutan asetaminofen yang digunakan

B.2. Persamaan Penentuan % Ekstraksi

% Ekstraksi dari MMIP terhadap asetaminofen dihitung dengan persamaan berikut :

$$\% \text{ Ekstraksi} = \frac{\text{massa asetaminofen teradsorpsi}}{\text{massa asetaminofen sebelum teradsorpsi}} \times 100 \%$$

B.3. Persamaan Penentuan Kapasitas Adsorpsi

Kapasitas adsorpsi dihitung dengan persamaan sebagai berikut :

$$\text{Kapasitas Adsorpsi (mg/g)} = \frac{\text{massa asetaminofen teradsorpsi (mg)}}{\text{Jumlah MMIP yang digunakan}}$$

B.4. Contoh Perhitungan

Pada waktu kontak 30 menit

Didapatkan data :

$$\text{Absorbansi 5 mL asetaminofen 5 ppm} = 0,327$$

$$\text{Absorbansi sisa pada waktu 30 menit} = 0,268$$

Jumlah MMIP yang digunakan sebanyak 0,1 g

Persamaan kurva baku $A = 0,064C$

Sehingga :

Absorbansi yang diperoleh di substitusikan ke persamaan kurva baku :

$$\begin{aligned} [\text{Asetaminofen}] 5 \text{ ppm} &= \frac{0,327}{0,064} \\ &= 5,12 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} [\text{Asetaminofen}] \text{ sisa pada 30 menit} &= \frac{0,268}{0,064} \\ &= 4,19 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Asetaminofen yang teradsorp} &= (5,12 - 4,19) \text{ ppm} \times \frac{5 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}} \\ &= 0,0046 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kapasitas Adsorpsi} &= \frac{0,0046 \text{ mg}}{0,1 \text{ g}} \\ &= 0,046 \text{ mg/g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa Asetaminofen sebelum adsorpsi} &= \frac{5,12 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 5 \text{ mL} \\ &= 0,005 \text{ mg}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\% \text{ Ekstraksi} &= \frac{0,0046 \text{ mg}}{0,0256 \text{ mg}} \times 100 \% \\ &= 17,97 \%\end{aligned}$$

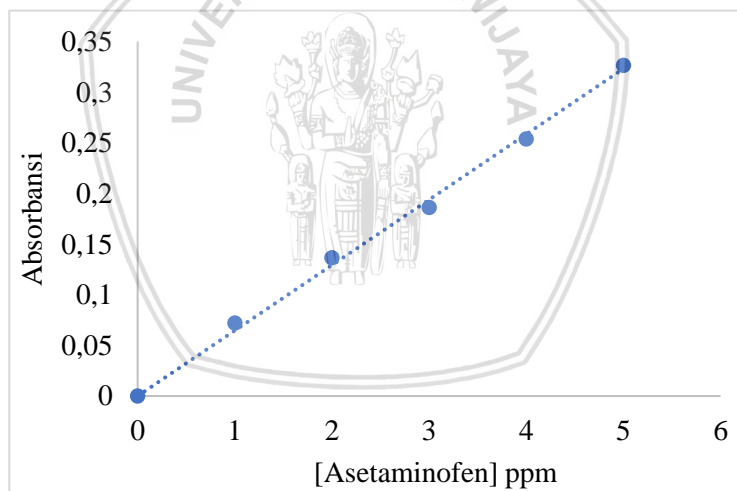


Lampiran C. Data Hasil Pengukuran

C.1. Kurva Baku Untuk Penentuan Waktu Kontak Optimum Adsorpsi

Tabel C.1 : Data hasil pengukuran kurva baku 1

[Asetaminofen] (ppm)	Absorbansi
0	0
1	0,072
2	0,137
3	0,186
4	0,254
5	0,327



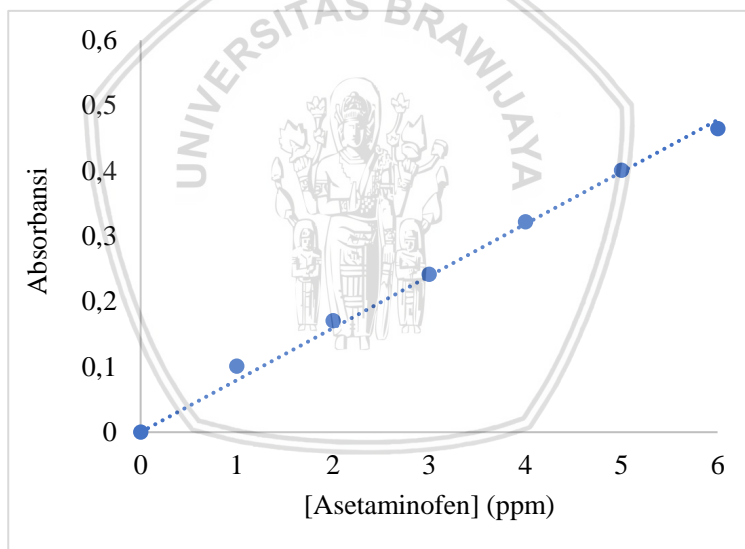
Gambar C.1 : Kurva hubungan [Asetaminofen] terhadap absorbansi 1

Pada kurva baku diatas diperoleh persamaan $A = 0,064C$ dengan $R^2 = 0,9972$

C.2. Kurva Baku Untuk Penentuan Kapasitas Adsorpsi

Tabel C.2 : Data hasil pengukuran kurva baku 2

[Asetaminofen] (ppm)	Absorbansi
0	0
1	0,101
2	0,171
3	0,242
4	0,322
5	0,401
6	0,465



Gambar C.2 : Kurva hubungan [Asetaminofen] terhadap absorbansi 2

Pada kurva baku diatas diperoleh persamaan $A = 0,0796C$ dengan $R^2 = 0,9952$

C.3. Data Hasil Pengukuran Waktu Kontak Optimum

Tabel C.3 : Data pengukuran waktu kontak optimum ulangan 1

Waktu (menit)	Absorbansi Sisa	Massa Asetaminofen Teradsorpsi (µg)	% Ekstraksi
10	0,297	1,87	7,50
20	0,289	2,47	10
30	0,268	4,60	16,50
60	0,254	5,67	21,36
90	0,257	5,44	19,90
120	0,246	6,39	23,40

Tabel C.4 : Data pengukuran waktu kontak optimum ulangan 2

Waktu (menit)	Absorbansi Sisa	Massa Asetaminofen Teradsorpsi (μg)	% Ekstraksi
10	0,267	3,9	15,24
20	0,280	2,88	11,24
30	0,244	6,38	24,86
60	0,270	4,32	16,85
90	0,264	4,80	18,70
120	0,260	5,11	19,93

Tabel C.5 : Data pengukuran waktu kontak optimum ulangan 3

Waktu (menit)	Absorbansi Sisa	Massa Asetaminofen Teradsorpsi (μg)	% Ekstraksi
10	0,281	3,40	12,96
20	0,287	2,85	11,49
30	0,276	4,41	17,37
60	0,285	3,73	14,67
90	0,280	3,42	13,47
120	0,276	4,41	17,37